



MD 3976 B1 2009.11.30

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **3976** ⁽¹³⁾ **B1**
(51) Int. Cl.: *B82B 3/00* (2006.01)
C01G 11/02 (2006.01)
C09K 11/54 (2006.01)
C09K 11/56 (2006.01)
C08L 23/08 (2006.01)
C08L 29/04 (2006.01)

(12) **BREVET DE INVENȚIE**

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată în termen de 6 luni de la data publicării	
(21) Nr. depozit: a 2008 0281 (22) Data depozit: 2008.11.17	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2009.11.30, BOPI nr. 11/2009
(71) Solicitant: UNIVERSITATEA DE STAT DIN MOLDOVA, MD (72) Inventatori: DEMENTIEV Igor, MD; GUȚUL Tatiana, MD; GOGLIDZE Tatiana, MD; PETRENKO Piotr, MD (73) Titular: UNIVERSITATEA DE STAT DIN MOLDOVA, MD (74) Reprezentant: ANSIMOVA Liudmila	

(54) **Procedeu de obținere a nanocompozitului de CdS în matrice polimerică**
(57) **Rezumat:**

1
Invenția se referă la nanotehnologii, în particular la un procedeu de obținere a nanocompozitului de CdS în matrice polimerică, care poate fi utilizată în calitate de material fotosensibil, magnetic și catalitic.

Procedeu include interacțiunea acetatului de cadmiu cu tiouree, luați în raportul masic de, respectiv, 1:3, la temperatura de 105...180°C și presiunea de 50 atm în topitură de copolimer

2
5 etilenă-acetat de vinil în cantitate de 80...95% mas., după care topitura obținută se menține timp de 20 min, se toarnă în forma de presare și se răcește la aer până la temperatura camerei.
10 Revendicări: 1
Figuri: 2

MD 3976 B1 2009.11.30

Descriere:

Invenția se referă la nanotehnologii, în particular la un procedeu de obținere a nano-compozitului de CdS în matriță polimerică, care poate fi utilizată în calitate de material fotosensibil, magnetic și catalitic.

5 Sunt cunoscute procedeele de obținere a compozițiilor polimere care conțin sulfură de cadmiu în astfel de matrițe polimerice cum ar fi polistirenul, polimetilmetacrilatul, polivinilpirolidona și alcoolul polivinilic [1].

10 Astfel la sinteza CdS în matrița polistirenului se utilizează sarea $Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$, iar în calitate de precursor al sulfului se sintetizează preliminar tiolat de cadmiu $Cd(SR)_2$ $R=(CH_2) CH_3$, apoi se efectuează recoacerea termică în atmosferă de azot sau argon, ceea ce conduce la descompunerea termică a tiolatului de cadmiu cu separarea sulfurii de cadmiu. Această sinteză este complicată.

15 Cel mai apropiat de procedeu revendicat este procedeu de obținere a peliculelor nanocompozite pe baza polietilenei cu presiune înaltă, în care procesul de obținere a peliculelor constă din două etape. La prima etapă se obține materialul pulverulent nanocompozit cu raportul prestabilit dintre nanoparticule și polietilenă. La a doua etapă, materialul pulverulent nano-compozit obținut într-o presă ce constă dintr-un cilindru fluoroplast și un piston, se amplasează într-un cuptor cu muflă și se menține aproximativ 1 oră. Prin procedeu indicat se obține un material pulverulent nanocompozit care conține particule de sulfură de cadmiu având dimensiunile de la 1 până la 70 nm. În calitate de matriță polimerică stabilizantă se utilizează polietilenă modificată cu presiune înaltă PEPÎ-10803-020 (cu densitatea tabelară de $918,5 \text{ kg/m}^3$), care se modifică conform unei metode stabilite, și praful de polimer care posedă o structură fin dispersată, cu densitatea egală cu 960 kg/m^3 , capabil de a se forma la acțiunea mecanică.

20 Cu toate acestea procedeu este complicat. Pentru obținerea nanocompoziției se efectuează cateva etape :

25 – modificarea polietilenei PEPÎ în scopul sporirii densității ei,
 – efectuarea reacției chimice – metoda crapolului, utilizând un compus organometalic în scopul obținerii sulfurii de cadmiu,
 – efectuarea procesului propriu-zis de formare și obținere a peliculelor polimere nano-compozite cu concentrația sulfurii de cadmiu de 10%. Temperatura de formare optimă este de 100°C.

Problema pe care o rezolvă invenția propusă constă în obținerea sulfurii de cadmiu nano-compozite în matrița polimerică cu simplificarea concomitentă a procedurii.

35 Esența invenției constă în aceea că procedeu include interacțiunea acetatului de cadmiu cu tiourea, luați în raportul masic de respectiv 1 : 3, la temperatura de 105...180°C și presiunea de 50 atm în topitură de copolimer etilenă-acetat de vinil în cantitate de 80...95% mas., după care topitura obținută se menține timp de 20 min, se toarnă în forma de presare și se răcește la aer până la temperatura camerei.

40 Rezultatul tehnic al efectuării sintezei în soluția-topitură a copolimerului etilenei cu acetatul de vinil și a componentelor inițiale – acetatului de cadmiu cu tiourea constă în concomitența decurgerii reacției de schimb cu obținerea sulfurii de cadmiu și introducerea ei în volumul matriței polimerice. Datorită acestui fapt se obține o matriță colorată uniform cu impregnații de sulfură de cadmiu cu dimensiunea de la 10 până la 70 nm.

Procedeu propus se realizează în felul următor.

45 Pentru realizarea procedurii s-a utilizat o seringă-presă cu pahar și un cuptor pentru efectuarea sintezei în sistemul soluție-topitură. În calitate de componente inițiale au servit: polimerul SEVILEN (copolimerul etilenei cu acetatul de vinil), acetatul de cadmiu și tiourea (uscată preliminar la temperatura de 80°C). Componentele inițiale în raportul de masă dintre acetatul de cadmiu și tiourea de 1:3 s-au amestecat cu polimerul în raport de 90% de polimer și 10% de amestec inițial. Amestecul obținut s-a încărcat în paharul seringii-presă. Temperatura paharului s-a ridicat până la 100...180°C cu sporirea concomitentă a presiunii până la 50 atm. Polimerul și tiourea încep să se topească la o temperatură apropiată de 100°C. În topitură începe să decurgă reacția de schimb, drept rezultat se formează sulfura de cadmiu și produsele gazoase ale reacției care se evacuează din volum. În topitură se produce încorporarea sulfurii de cadmiu formate în matrița polimerică. Masa polimerică colorată obținută se presează într-o formă de presare și se răcește până la temperatura camerei.

Exemplu de realizare concretă a procedurii.

Amestecul de acetat de cadmiu și tiourea s-a amestecat cu copolimerul etilenei în următorul raport:

1. Copolimerul etilenei cu acetatul de vinil	100 g
2. $Cd(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ (acetatul de cadmiu)	12 g
3. SCN_2H_4 (tiourea)	6 g

60 Amestecul obținut s-a încărcat în paharul seringii-presă, apoi temperatura paharului s-a ridicat de la cea a camerei până la 180°C. Presiunea s-a majorat până la 50 atm. Peste 10 min de menținere la temperatura de 180°C s-a început procesul de formare a sulfurii de cadmiu, ceea ce

s-a confirmat prin schimbarea culorii topiturii de la galben deschis până la portocaliu intens. După menținerea topiturii timp de 20 min culoarea topiturii nu se schimbă, ceea ce demonstrează faptul că reacția de formare a sulfurii de cadmiu se finalizează. Soluția-topitură obținută s-a turnat în forma de presare și s-a răcit la aer până la temperatura camerei. Materialul obținut s-a studiat prin metoda difracției Roentgen la un difractometru DRON-3 (fig. 1). Vârfurile de difracție pentru $2\theta = 31; 32,5; 51; 61$ grade corespund fazei cubice a nanoparticulelor CdS. Dimensiunea particulelor CdS se determină după lățimea celui mai intens semnal conform formulei [Pentimalli M., Antollini F., et al. Materials Letter 60, 2006, p.2657-2661]:

$$d = k * \lambda / (\beta * \cos \Theta),$$

unde:

- k – constantă,
- λ – lungimea de undă a radiației Roentgen ($\lambda=1,7889 \text{ \AA}$),
- β - lățimea totală a jumătății maximului (FWHM),
- Θ – unghiul de difracție.

Dimensiunea particulelor calculată după lățimea liniilor de difracție de raze X constituie ~5...10 nm.

Spectrul luminescenței materialului nanocompozit obținut (fig. 2) are intensitatea maximă a luminescenței în regiunea 520...530 nm, ceea ce este caracteristic pentru CdS.

(57) Revendicări:

Procedeu de obținere a nanocompozitului de CdS în matriță polimerică care include interacțiunea acetatului de cadmiu cu tiouree, luați în raportul masic de respectiv 1 : 3, la temperatura de 105...180°C și presiunea de 50 atm în topitură de copolimer etilenă-acetat de vinil în cantitate de 80...95% mas., după care topitura obținută se menține timp de 20 min, se toarnă în forma de presare și se răcește la aer până la temperatura camerei.

(56) Referințe bibliografice:

1. Marzia Pentimali, Francesco Antolini, Elvira Maria Bauer and other. A solid state nuclear magnetic resonance study on the thermolitic synthesis of CdS nanoparticles in polystyrene matrix", Materials Letters, 2006, p. 2657-2661
2. Зайцев Б.Д., Кузнецова И. Е., Шихабудинов Ф. М., Разумов К.А. Влияние температуры формования на свойства нанокompозитных пленок на основе полиэтилена высокого давления. Письма в ЖТФ, 2008, том 34, вып. 12, с. 67-73

Șef Secție: GROSU Petru

Examinator: EGOROGVA Tamara

Redactor: LOZOVANU Maria

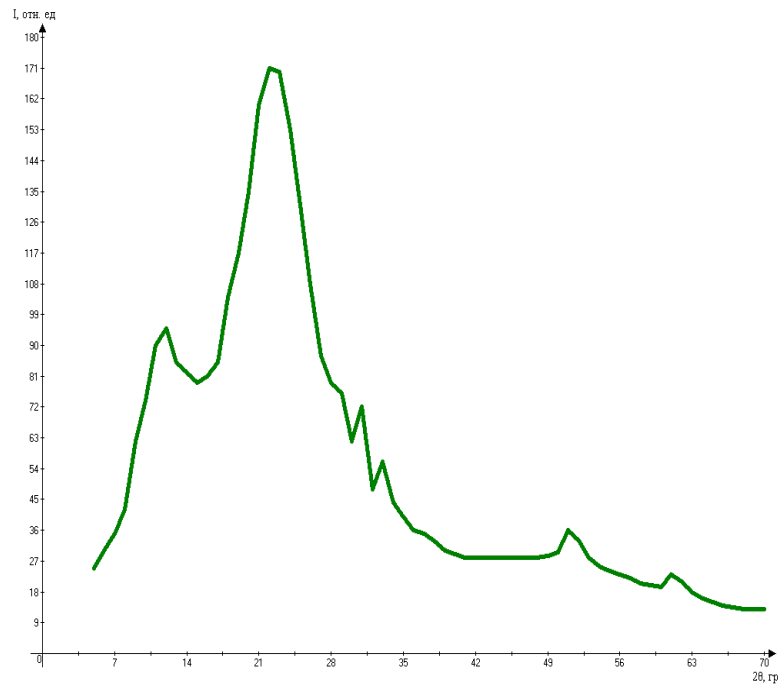


Fig. 1. Spectrul de difracție de raze X al nanoparticulelor CdS în matrița polimerică a SEVILENului.

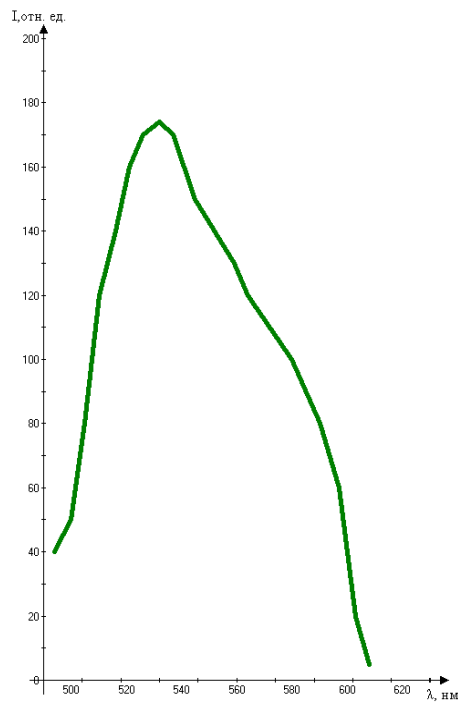


Fig. 2. Spectrul fotoluminescenței nanoparticulelor CdS în matrița polimerică a SEVILENului.